

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-169756

(43)Date of publication of application : 02.07.1996

(51)Int.Cl. C04B 35/38
H01F 1/34

(21)Application number : 06-315034 (71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 19.12.1994 (72)Inventor : FUJITA AKIRA
TAKAGI SHIGEAKI
HOSHI TORU

(54) LOW LOSS MANGANESE-ZINC FERRITE CORE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an Mn-Zn ferrite core capable of considerably reducing loss at about 100kHz frequency applied to a switching power source at present by adopting a specified compsn.

CONSTITUTION: This Mn-Zn ferrite core consists essentially of 25-40mol% MnO, 6-25mol% ZnO and the balance Fe₂O₃ and further contains 0.002-0.040wt.% SiO₂ and 0.02-0.20wt.% CaO as secondary components. The secondary components are segregated on crystal boundaries and the half-width of the concn. distribution is ≤ 10nm. Powdery starting materials are prepd. so as to give the primary and secondary compsns. and they are mixed, calcined, pulverized, compacted and fired to obtain the objective Mn-Zn ferrite core.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 17.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 01.11.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-169756

(43) 公開日 平成8年(1996)7月2日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 4 B 35/38

H 0 1 F 1/34

C 0 4 B 35/38

Z

H 0 1 F 1/34

B

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全9頁)

(21) 出願番号 特願平6-315034

(22) 出願日 平成6年(1994)12月19日

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72) 発明者 藤田 明

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社ハイテク研究所内

(72) 発明者 高城 重彰

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社ハイテク研究所内

(72) 発明者 星 亨

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社鉄鋼研究所内

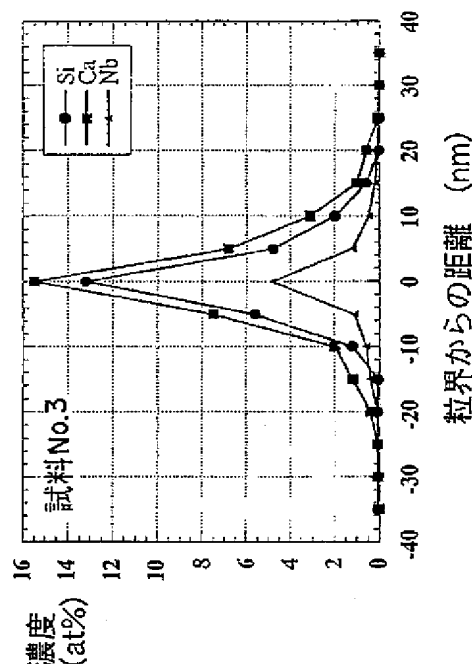
(74) 代理人 弁理士 小杉 佳男 (外2名)

(54) 【発明の名称】 低損失Mn-Znフェライトコアおよびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 100kHz程度の周波数において損失が大幅に低い低損失Mn-Zn系フェライトコアを提供する。

【構成】 基本成分Fe, O: 53.5mol%, MnO: 34.5mol%, ZnO: 12.0mol%の原料を配合し、SiO₂: 0.0025重量%、CaO: 0.1重量%、Nb₂O₅: 0.025重量%を添加し、リングに成形し、酸素分圧を制御した窒素・空気混合ガス中で1300℃、3時間焼成した。焼成後の冷却過程において、1000℃、酸素分圧0.01%で3時間保持し、炉冷した。100kHzの周波数で最大磁束密度200mTで、電力損失を90℃で測定した。結晶粒界における各副成分元素の濃度分布半値幅が8.7nm (図1)のものは電力損失値275kW/m³の低損失であった。



2	<p>とする低損失Mn-Znフエライトコアの製造方法。</p> <p>【請求項6】 主成分として MnO: 25~40m o 1 % ZnO: 6~25m o 1 %及び Fe₂O₃: 残部 副成分として SiO₂: 0.002~0.040重量% CaO: 0.02~0.20重量% からなる低損失Mn-Znフエライトコアの製造に当 り、焼成後の冷却過程の1100~950℃における酸 素分圧を1.0%以下とし、この雰囲気下に20分~5 時間保持することを特徴とする低損失Mn-Znフエラ イトコアの製造方法。</p> <p>【請求項7】 主成分として MnO: 25~40m o 1 % ZnO: 6~25m o 1 %及び Fe₂O₃: 残部 を含み、副成分として SiO₂: 0.002~0.040重量% CaO: 0.02~0.20重量% を含有し、副成分としてさらに Nb₂O₅: 0.001~0.04重量% Ta₂O₅: 0.001~0.4重量% ZrO₂: 0.001~0.05重量% V₂O₅: 0.001~0.03重量% から選ばれた少なくとも1種を含有する低損失Mn-Z nフエライトコアの製造に当たり、焼成後の冷却過程 の1100~950℃における酸素分圧を1.0%以下と し、この雰囲気下に20分~5時間保持することを特徴と する低損失Mn-Znフエライトコアの製造方法。</p> <p>【発明の詳細な説明】</p> <p>【0001】 【産業上の利用分野】本発明は、スイッチング電源用ト ランス等の磁心に用いられる、電力損失の少ないMn- Zn系フエライトに関するものである。</p> <p>【0002】 【従来の技術】酸化物磁性材料は総称としてフエライト と呼ばれる。その中にはBaフエライト、Srフエライ ト等の硬質磁性材料とMn-Znフエライト、Ni-Z nフエライト等の軟質磁性材料に分けられる。軟質磁性 材料は非常にわずかな磁場に対しても十分に磁化する材 料であり、電源、通信機器、計測制御機器、磁気記録、 コンピュータなどの広い範囲で用いられている。これら 軟質磁性材料に要求される特性として、保磁力が小さく 透磁率が高いこと、飽和磁束密度が大きいこと、低損失 であることなどがあげられる。</p> <p>【0003】酸化物フエライトの他に軟質磁性材料とし ては、金属系のもものがあげられる。金属系軟質磁性材料 は飽和磁束密度が高いため、酸化物系と比べると有利で あるが、その反面電気抵抗が低く、高周波のもとで使用</p>	<p>【特許請求の範囲】</p> <p>【請求項1】 主成分として MnO: 25~40m o 1 % ZnO: 6~25m o 1 %及び Fe₂O₃: 残部 を含み、副成分として SiO₂: 0.002~0.040重量% CaO: 0.02~0.20重量% を含有し、かつこれらの副成分元素が結晶粒界に偏析 し、その濃度分布の半値幅が10nm以下であることを 特徴とする低損失Mn-Znフエライトコア。</p> <p>【請求項2】 副成分としてさらに Nb₂O₅: 0.001~0.04重量% Ta₂O₅: 0.001~0.4重量% ZrO₂: 0.001~0.05重量% V₂O₅: 0.001~0.03重量% から選ばれた少なくとも1種を含有することを特徴とす る請求項1記載の低損失Mn-Znフエライトコア。</p> <p>【請求項3】 請求項1記載の主成分及び副成分となる ように原料粉末を調整し、混合し、仮焼し、粉碎し、つ いで成形したのち、焼成することを特徴とする低損失M n-Znフエライトコアの製造方法。</p> <p>【請求項4】 主成分として MnO: 25~40m o 1 % ZnO: 6~25m o 1 % Fe₂O₃: 残部 副成分として SiO₂: 0.002~0.040重量% CaO: 0.02~0.20重量% からなる低損失Mn-Znフエライトコアの製造に当 り、焼成後の冷却過程の1100~800℃における酸 素分圧を1.0%以下とし、かつ冷却速度を0.5~2 ℃/時とすることを特徴とする低損失Mn-Znフエラ イトコアの製造方法。</p> <p>【請求項5】 主成分として MnO: 25~40m o 1 % ZnO: 6~25m o 1 %及び Fe₂O₃: 残部 を含み、副成分として SiO₂: 0.002~0.040重量% CaO: 0.02~0.20重量% を含有し、副成分としてさらに Nb₂O₅: 0.001~0.04重量% Ta₂O₅: 0.001~0.4重量% ZrO₂: 0.001~0.05重量% V₂O₅: 0.001~0.03重量% から選ばれた少なくとも1種を含有する低損失Mn-Z nフエライトコアの製造に当たり、焼成後の冷却過程の1 100~800℃における酸素分圧を1.0%以下と し、かつ冷却速度を0.5~2℃/時とすることを特徴</p>
---	---	---

する際には渦電流に起因する磁気損失が大きくなってしまふ。特に近年の電子機器の小型化・高密度化の要請から使用周波数の高周波化が進んできており、スイッチング電源等に用いられている100kHz程度の周波数帯では、従来の金属系材料では抵抗が低いため発熱が大きくなり、その使用はほとんど不可能であった。

【0004】そのため高周波域での電源用トランスの磁性材料としてMn-Zn系フェライトを用いることが主流となっている。しかしこの材料も電気低効率の値が数 $\Omega \cdot \text{cm}$ であるため、さらに電気抵抗を高くして渦電流を低減することにより全体としての磁気損失を低くし発熱量を抑えることが望まれていた。この問題を解決するため、例えば特公昭36-2283号公報、特開昭60-12302号公報、特開平5-226138号公報ではMn-Zn系フェライトでは副成分として SiO_2 やCaOなどの酸化物を微量に添加し粒界に偏析させ、粒界での抵抗を向上し、全体としての抵抗率を数百 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上に高めている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、単に副成分である酸化物を添加したのではそのまま低損失な材料が得られるとはかぎらず、また電気抵抗値のみを高めることにより磁気損失を低減できるわけではない。本発明は、現在スイッチング電源に適用されている100kHz程度の周波数において損失を大幅に低減することができる低損失Mn-Zn系フェライトコア及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、主成分として
 $\text{MnO} : 25 \sim 40 \text{ mol} \%$
 $\text{ZnO} : 6 \sim 25 \text{ mol} \%$ 及び
 Fe_2O_3 : 残部
 を含み、副成分として
 $\text{SiO}_2 : 0.002 \sim 0.040 \text{ 重量} \%$
 $\text{CaO} : 0.02 \sim 0.20 \text{ 重量} \%$
 を含有し、かつこれらの副成分元素が結晶粒界に偏析し、その幅が濃度分布の半値幅として10nm以下であることを特徴とする低損失Mn-Znフェライトコアである。

【0007】上記成分に副成分としてさらに

$\text{Nb}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.04 \text{ 重量} \%$
 $\text{Ta}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.4 \text{ 重量} \%$
 $\text{ZrO}_2 : 0.001 \sim 0.05 \text{ 重量} \%$
 $\text{V}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.03 \text{ 重量} \%$

から選ばれた少なくとも1種を含有すると好適である。

【0008】このような低損失Mn-Znフェライトコアは、主成分として

$\text{MnO} : 25 \sim 40 \text{ mol} \%$
 $\text{ZnO} : 6 \sim 25 \text{ mol} \%$ 及び
 Fe_2O_3 : 残部

を含み、副成分として

$\text{SiO}_2 : 0.002 \sim 0.040 \text{ 重量} \%$

$\text{CaO} : 0.02 \sim 0.20 \text{ 重量} \%$

であるように原料粉末を調整し、混合し、仮焼し、粉碎し、ついで成形したのち、焼成することによって製造することができる。この場合、焼成後の冷却過程の1100～800℃における酸素分圧を1.0%以下とし、かつ冷却速度を0.5～2℃/時とすると好ましい結果を得ることができる。

10 【0009】さらに、主成分として

$\text{MnO} : 25 \sim 40 \text{ mol} \%$

$\text{ZnO} : 6 \sim 25 \text{ mol} \%$ 及び

Fe_2O_3 : 残部

を含み、副成分として

$\text{SiO}_2 : 0.002 \sim 0.040 \text{ 重量} \%$

$\text{CaO} : 0.02 \sim 0.20 \text{ 重量} \%$

を含有し、副成分としてさらに

$\text{Nb}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.04 \text{ 重量} \%$

$\text{Ta}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.4 \text{ 重量} \%$

20 $\text{ZrO}_2 : 0.001 \sim 0.05 \text{ 重量} \%$

$\text{V}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.03 \text{ 重量} \%$

から選ばれた少なくとも1種を含有する低損失Mn-Znフェライトコアの製造に当り、焼成後の冷却過程の1100～950℃における酸素分圧を1.0%以下とし、かつ冷却速度を0.5～2℃/時とすることを特徴とする低損失Mn-Znフェライトコアの製造方法を提供する。

【0010】次に、本発明は、主成分として

$\text{MnO} : 25 \sim 40 \text{ mol} \%$

30 $\text{ZnO} : 6 \sim 25 \text{ mol} \%$ 及び

Fe_2O_3 : 残部

副成分として

$\text{SiO}_2 : 0.002 \sim 0.040 \text{ 重量} \%$

$\text{CaO} : 0.02 \sim 0.20 \text{ 重量} \%$

からなる低損失Mn-Znフェライトコアの製造に当り、焼成後の冷却過程の1100～950℃における酸素分圧を1.0%以下とし、この雰囲気下に20分～5時間保持することを特徴とする低損失Mn-Znフェライトコアの製造方法を提供する。

40 【0011】さらに、主成分として

$\text{MnO} : 25 \sim 40 \text{ mol} \%$

$\text{ZnO} : 6 \sim 25 \text{ mol} \%$ 及び

Fe_2O_3 : 残部

を含み、副成分として

$\text{SiO}_2 : 0.002 \sim 0.040 \text{ 重量} \%$

$\text{CaO} : 0.02 \sim 0.20 \text{ 重量} \%$

を含有し、副成分としてさらに

$\text{Nb}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.04 \text{ 重量} \%$

$\text{Ta}_2\text{O}_5 : 0.001 \sim 0.4 \text{ 重量} \%$

50 $\text{ZrO}_2 : 0.001 \sim 0.05 \text{ 重量} \%$

及び残部 $F e_2 O_3$ とする。

【0016】副成分の微量添加物は、主として焼成時に
おける結晶粒成長の促進・抑制、粒界の形成等に効果が
あり、添加物の量により焼結体の微細構造が変化し、透
磁率、保磁力ひいては磁気損失の絶対値に影響を及ぼす。 $S i O_2$ は $C a O$ とともに粒界を形成し粒界の高抵
抗化に寄与する。しかしながら添加量が少ないとその寄
与は小さく、また過剰に含むと焼結時に異常粒成長を生
じせしめ損失を大幅に増大させる。 $C a O$ も添加量が少
ないとその寄与は小さく、また多すぎると損失は逆に増
大する。したがって $S i O_2$ ならびに $C a O$ の添加量は
それぞれ $S i O_2$ ：0.002～0.040重量%、 C
 $a O$ ：0.02～0.20重量%とする。

【0017】 $N b_2 O_5$ 、 $T a_2 O_5$ 、 $Z r O_2$ 、 $V_2 O_5$ は $S i O_2$ や $C a O$ と共に添加した場合に磁気損失
の低減に寄与する元素であり、それぞれ元素につい
て、 $N b_2 O_5$ ：0.001重量%未満、 $T a_2 O_5$ ：
0.001重量%未満、 $Z r O_2$ ：0.001重量%未
満、 $V_2 O_5$ ：0.001重量%未満のように添加量が
少ない場合はその効果が現われず、一方 $N b_2 O_5$ 、
0.04重量%超、 $T a_2 O_5$ ：0.04重量%超、 Z
 $r O_2$ ：0.05重量%超、 $V_2 O_5$ ：0.03重量%
超のように一定の濃度範囲を越えた添加量では逆に損失
は増大する。従って、

$N b_2 O_5$ ：0.001～0.04重量%
 $T a_2 O_5$ ：0.001～0.4重量%
 $Z r O_2$ ：0.001～0.05重量%
 $V_2 O_5$ ：0.001～0.03重量%

に限定する。

【0018】発明者等は選ばれた基本組成並びに添加物
組成における焼成条件を変えた試料を作製し、それらの
微細構造を調べた結果、結晶粒界における添加元素の偏
析度により磁気損失が大きく異なることを見出したわけ
であるが、これらの結果は以下のように考えられる。ま
ず、結晶粒界の偏析度を高めることにより結晶粒間の絶
縁性を高めて固有抵抗を高め、その結果漏電流損を低減
する効果があげられる。この目的に対しては、結晶粒界
に絶縁層を形成して絶縁抵抗を高めるために、粒界層を
できるだけ厚くすること、および結晶粒界における副成
分元素の濃度を高めることが重要である。次に、 $S i O_2$
ルに固溶しない元素が結晶粒界に押し出されることが、す
なわ結晶粒内に残存しないことにより結晶格子のひず
みを少なくし、磁壁の移動を容易にすることによりヒス
テリシス損失も低減する効果がある。

【0019】本発明における副成分元素、 $S i$ および C
 a 、また $N b$ 、 $T a$ 、 V 、 $Z r$ はすべて $S i$ に固溶
しない元素とされている。したがって、これらの元素の
うちいずれかの元素が結晶粒内に残存した場合には結晶
格子にひずみを与えるため、すべての副成分元素が結晶
粒界に高濃度に偏析していることが要求される。すなわ

$V_2 O_5$ ：0.001～0.03重量%

から選ばれた少なくとも1種を含有する低損失 $M n - Z$
 $n F e$ ライトコフの製造に当たり、焼成後の冷却過程の
 $1100 \sim 950^{\circ} C$ における酸素分圧を1.0%以下と
しての雰囲気下で20分～5時間保持することを特徴と
する低損失 $M n - Z n F e$ ライトコフの製造方法を提供
するものである。

【0012】発明者は、 $M n O$ ：25～40mol%、
 $Z n O$ ：6～25mol%及び $F e_2 O_3$ ：残部を基本
成分として含み、副成分としてシリカ($S i O_2$)、カ
ルシウム($C a O$)がそれぞれ $S i O_2$ ：0.002～
0.040重量%、 $C a O$ ：0.02～0.20重量%
を含有する焼結体について、添加した副成分元素の分布
と磁気損失の関係を検討した結果、副成分元素が結晶粒界
付近に高濃度に偏析しているとき損失が最も低く、広い
範囲にわたって分布している場合は損失が大きくなつて
いることを見出した。さらに副成分として、 $N b_2 O_5$ 、
(0.001～0.04重量%)、 $T a_2 O_5$ 、(0.0
01～0.4重量%)、 $Z r O_2$ 、(0.001～0.0
5重量%)、 $V_2 O_5$ 、(0.001～0.03重量%)
から選ばれた少なくとも1種を含有する焼結体について

なつた。

【0014】

【作用】前述したように、軟磁性フェライトに求められ
る磁気特性としては、飽和磁束密度が大きいと、キュ
リー温度が高いと、損失が小さいことがあげられる。

飽和磁束密度、キュリー温度は基本成分である $M n O$ ：
 $Z n O$ ： $F e_2 O_3$ の比では決まる。 $Z n O$ の量が少
ない領域においては $Z n O$ 量の増加に伴い飽和磁束密度
は増加するが、これと同時にキュリー温度も低下する。

また磁気損失が極小となる温度も基本成分比により概ね
決まる。

【0015】磁気損失が最小となる温度が室温付近にあ
る場合、電源トランスとして使用された場合に磁気損失

により磁心自体が発熱し温度上昇して損失が大きくな
り、それに伴い、発熱がさらに大きくなり、これが繰り返
返されて熱暴走を起こす危険性がある。従って室温付近
の損失の温度係数が負で、トランスに組み込まれた際の
他の電子部品の温度等も考慮して80～100℃で極小
となるように基本成分の組成を決めなければならない。

以上説明したように、飽和磁束密度、キュリー温度およ
び損失の極小温度を最適にする観点から、基本成分を M
 $n O$ ：25～40mol%、 $Z n O$ ：6～25mol%、

ちに単に粒界絶縁層を形成して絶縁抵抗を高めるだけでなく、結晶のひずみ等を考慮に入れると、全損失を考えた場合には結晶粒界の厚み、すなわち添加元素の偏析の幅を10nm以下にすることが損失低減に大きく寄与するのである。ここで、さらに重要なことは、添加したすべての副成分元素が半値幅10nm以下の範囲に偏析していることである。本発明でいう偏析の幅とは、結晶粒界に直角に結晶粒間をわたる線分析において添加元素濃度の半値幅、すなわち分布曲線のピーク値の半分の値を持つ点を結んだ距離を指す。

【0020】また、スピネルに固溶しない元素が結晶粒界に押し出され、結晶粒内に残存しないことにより、結晶歪みを少なくし、高透磁率を実現させる。従って本発明による効果は低損失のみならず高透磁率材料にも適用できる。添加元素をできるだけ高濃度にかつ狭い領域に偏析させるためには、原料の選択ならびに焼成条件の選定が重要である。出発原料である基本成分の酸化鉄、酸化マンガンあるいは酸化亜鉛、あるいはこれらに限らず焼成により基本成分の酸化物に変わることのできる化合物において、これらの中に含まれる不純物濃度ができるだけ低いものを用いることが肝要である。たとえその不純物が意図的に添加する添加物元素と同種のものでも例外でない。もし出発原料中に不純物が多量に含まれていた場合には、仮焼および焼成を経た後でもこれらが結晶粒内に残存することが多く、前に述べたような理想的な微細構造を実現することができない。

【0021】一方、焼成条件では特に冷却過程の温度制御と酸素分圧制御を厳密に調整し、焼結体の酸化度を制御することが重要である。焼成段階では結晶粒が成長しそれとともに粒界が形成されるが、冷却過程で結晶粒界近傍の酸化あるいは還元反応、すなわち酸素の結晶粒内への吸収あるいは結晶粒界からの放出が起こる。この際に酸素の出入りとともにこれら添加元素の移動も起こると考えられ、適切な酸化雰囲気を選定することにより、添加元素の粒界偏析をシャープにすることができる。

【0022】具体的な焼成方法としては、焼成後の冷却過程の1100～950℃において酸素分圧1.0%以下の雰囲気下で20分～5時間保持する。一定温度で保持することにより添加元素の粒界への濃化を実現できると考えられる。保持時間を長く取ることにより濃化の度合いも高くなる。一定温度で保持する場合と同等の効果があるのは、冷却過程中1100～800℃のある温度範囲で冷却速度0.5～2℃/時とする冷却をとることである。

【0023】冷却条件を変えた実験の結果から、本発明における副成分元素が結晶粒界に濃化する傾向があるのであるのは1100℃以下であり、また拡散がすみやかに起こるのは800℃以上であると考えられるので、この温度範囲で一部あるいは全部冷却速度を0.5～2℃/時に遅

くすることにより粒界の偏析度を高められる。

【0024】

【実施例】

【実施例1】最終組成としてFe₂O₃:53.5mol%、MnO:34.5mol%、ZnO:12.0mol%となる基本成分の原料を配合した後、ボールミルを用いて湿式混合を12時間かけて行い、その後乾燥した。原料の選択の際には不純物濃度がSiO₂:20ppm以下のものを選んだ。この混合粉を大気雰囲気中で950℃で3時間の仮焼を行った。この仮焼粉に対し、SiO₂:0.0025重量%、CaO:0.1重量%、Nb₂O₅:0.025重量%となるようにSiO₂、CaOおよびNb₂O₅を添加し、再度ボールミルを用いて湿式混合粉碎して乾燥させた。この粉末にポリビニルアルコール5重量%水溶液10重量%を加えた後、30メッシュのふるいを通させて造粒した。この造粒粉を外径36mm、内径24mm、高さ12mmのリングに成形し、酸素分圧を制御した窒素・空気混合ガス中で1300℃、3時間の焼成を行った。焼成後の冷却過程において、900～1150℃のいずれかの温度で、雰囲気中の酸素分圧を0.01～1.2%に切り替え、その条件下に10分～5時間保持し、その後炉冷した試料を作製した。このようにして得られた焼結体試料に巻線をし(1次側5巻、2次側5巻)、100kHzの周波数で最大磁束密度200mTの条件下で、電力損失を交流BHトレーサにより90℃で測定した。また各試料について焼結体から薄板状に切り出したものからイオンミリングによる観察試料を作製した。元素分布は電解放射型透過電子顕微鏡のEDXを用いて調べた。表1に各試料の半値幅および電力損失値を示す。また図1～3にそれぞれ試料No.1、No.3、No.5の結晶粒界における各副成分元素の濃度分布を示す。

【0025】表1に示した結果から明らかなように、本願発明方法にしたがって焼成後の冷却過程の1100～950℃において、酸素分圧1.0%以下の雰囲気下に20分～5時間保持されたMn-Zn系ソフトフェライトは、各副成分元素の濃度分布の半値幅が10nm以下で粒界に高濃度に偏析し、電力損失が大きく改善されている。

【0026】【実施例2】実施例1と同様にして作製した外径36mm、内径24mm、高さ12mmのリング状成形体を酸素分圧を制御した窒素・空気混合ガス中で1300℃、3時間焼成した。焼成後の冷却過程において、1100～900℃ないし1000～800℃における冷却速度を0.5、1.0、2.0ないし5.0℃/時とし以後炉冷した。なお、上記温度範囲以降の雰囲気中の酸素濃度は0.01%以下とした。このようにして得られた焼結体試料の電力損失および各副成分元素の濃度分布の半値幅を実施例1と同様にして測定し、表2に示した。

【0027】これらの結果から、本願発明にしたがって焼成後の冷却過程の1100～800℃において、酸素分圧を1.0%以下とし、かつ冷却速度を0.5～2℃/時としたMn-Zn系ソフタイトは、各副成分元素の濃度分布の半値幅が10mm以下で粒界に高濃度に偏析し、電力損失が大きく改善される。

【実施例3】実施例1と同様にして作製した最終組成としてFe₂O₃:5.3、5mO:3.4、5mO:1.2、ZnO:1.2、0mO:1%となる基本成分の仮焼粉に、表3に示すように、各種添加元素を添加し、実施例1と同様に外径36mm、内径24mm、高さ12mmのリンガ状成形体を作製し、酸素分圧を制御した窒素・空気混合ガス中で1300℃、3時間焼成した後、1100℃において雰囲気中の酸素分圧を1.0%以下に切り替え、1100～900℃までの冷却速度を1.0℃/時とし、その後冷却した。このようにして得られた焼結体試料の電力損失および各副成分元素の濃度分布の半値幅を実施例1と同様にして測定し、表3に示した。

【0028】表3の結果から、本発明の組成のMn-Zn系ソフタイトは、本願発明の冷却条件で冷却する

ことにより、各副成分元素の濃度分布の半値幅が10mm以下で粒界に高濃度に偏析し、電力損失が大きく改善

されている。

【実施例4】実施例3に用いたリンガ状成形体と同一の成分および形状を有するリンガ状成形体を作成し、酸素分圧制御した窒素・空気混合ガス中で1300℃、3時間焼成した後、1000℃において雰囲気中の酸素分圧を0.01%に切り替え、その条件下に2時間保持し、その後炉冷した試料を作製した。このようにして得られた焼結体試料の電力損失および各副成分元素の濃度分布の半値幅を実施例1と同様にして測定、表4に示した。

【0029】これらの結果から、本願発明にしたがう組成のMn-Zn系ソフタイトは、本願発明にしたがう冷却条件で冷却することにより、各副成分元素の濃度分布の半値幅が10mm以下で粒界に高濃度に偏析し、電力損失が大きく改善されている。

【0030】

し、電力損失が大きく改善されている。

【表1】

【0028】表3の結果から、本発明の組成のMn-Zn系ソフタイトは、本願発明の冷却条件で冷却する

試料No.	酸素分圧 (%)	保持温度 (℃)	保持時間 (h)	半値幅 (mm)	電力損失 (kW/m ²)
1	0.01	900	3時間	23.2	5.20
2	0.01	850	3時間	9.2	3.26
3	0.01	1000	3時間	8.7	2.75
4	0.01	1100	3時間	9.5	3.31
5	0.01	1150	3時間	25.3	4.90
6	0.10	1000	3時間	8.8	2.92
7	1.0	1000	3時間	9.6	3.14
8	1.2	1000	3時間	12.3	3.68
9	0.01	1000	10分	20.4	5.11
10	0.01	1000	30分	9.8	3.42
11	0.01	1000	1時間	9.1	3.30
12	0.01	1000	5時間	8.4	2.68

【表2】

【0031】

試料No.	酸素分圧 (%)	冷却速度指定 温度範囲 (°C)	冷却速度 (°C/時)	半値幅 (nm)	電力損失 (kW/m ²)	
13	0.01	1100~900	0.5	8.7	312	発明例
14	0.01	1100~900	1.0	9.1	326	発明例
15	0.01	1100~900	2.0	9.8	345	発明例
16	0.01	1100~900	5.0	14.2	444	比較例
17	0.01	1100~800	1.0	9.3	328	発明例

【0032】

* * 【表3】

試料 No.	添 加 元 素						半 値 幅 (nm)	電 力 損 失 (kW/m ²)	
	SiO ₂ (重量%)	CaO (重量%)	Nb ₂ O ₅ (重量%)	Ta ₂ O ₅ (重量%)	ZrO ₂ (重量%)	V ₂ O ₅ (重量%)			
18	0.010	0.080	-	-	-	-	8.8	340	発明例
19	0.008	0.075	0.017	-	-	-	9.2	296	発明例
20	0.006	0.100	-	0.040	-	-	9.3	321	発明例
21	0.006	0.080	-	-	0.035	-	9.4	304	発明例
22	0.005	0.080	-	-	-	0.010	9.1	333	発明例
23	0.005	0.070	-	0.035	0.030	-	9.5	288	発明例
24	0.007	0.100	0.020	-	-	0.005	9.8	312	発明例
25	0.007	0.220	-	0.040	-	-	13.5	451	比較例
26	0.050	0.100	0.020	-	-	-	8.6	786	比較例
27	0.001	0.100	-	0.030	-	-	9.7	660	比較例
28	0.005	0.015	-	-	-	-	9.2	508	比較例
29	0.007	0.080	0.080	-	-	-	9.2	498	比較例

【0033】

【表4】

試料 No.	添加元素						半値幅 (nm)	電力損失 (kW/m ²)
	SiO ₂ (重量%)	CaO (重量%)	Nb ₂ O ₅ (重量%)	Ta ₂ O ₅ (重量%)	ZrO ₂ (重量%)	V ₂ O ₅ (重量%)		
30	0.010	0.080	-	-	-	-	8.6	321
31	0.008	0.075	0.017	-	-	-	9.0	290
32	0.006	0.100	-	0.040	-	-	9.2	327
33	0.006	0.080	-	-	0.035	-	9.1	298
34	0.005	0.080	-	-	-	0.010	8.6	318
35	0.005	0.070	-	0.035	0.030	-	8.9	280
36	0.007	0.100	0.020	-	-	0.005	9.6	304
37	0.007	0.220	-	0.040	-	-	12.8	582
38	0.050	0.100	0.020	-	-	-	8.7	820
39	0.001	0.100	-	0.030	-	-	9.7	1021
40	0.005	0.015	-	-	-	-	9.3	725
41	0.007	0.080	0.080	-	-	-	9.0	540
比較例								

【0034】

【発明の効果】本発明によれば、副成分元素の粒界偏析

を高めることにより、スイッチング電源トランス等の磁

芯に適した、従来の材料と比較して格段と電力損失の少

ないMn-Zn系フェライトを提供することができ、

【図面の簡単な説明】

*

グラフである。

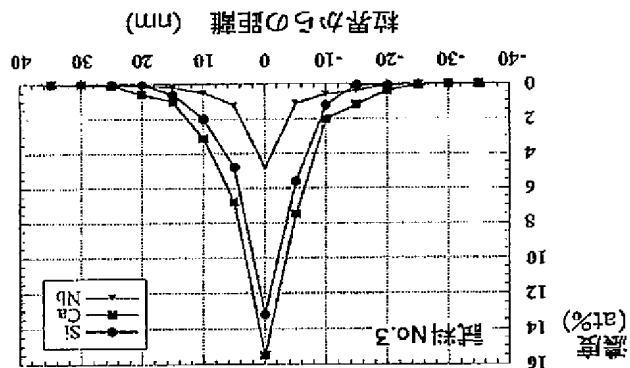
【図3】結晶粒界における副成分元素の濃度分布を示す

グラフである。

【図2】結晶粒界における副成分元素の濃度分布を示す

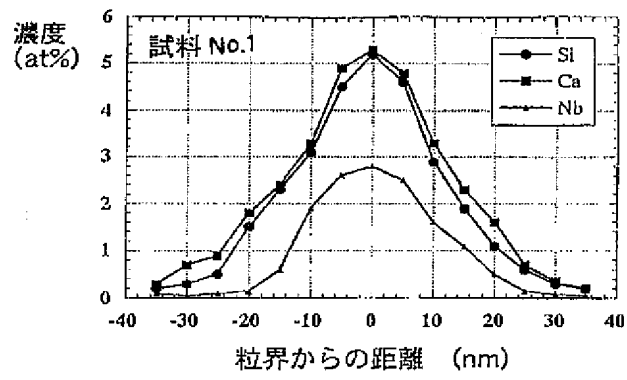
グラフである。

* 【図1】結晶粒界における副成分元素の濃度分布を示す



【図1】

【図2】



【図3】

